

RESIN MICROCHANNEL SUBSTRATE AND
METHOD OF MANUFACTURING THE SAME

BACKGROUND OF THE INVENTION

5 Field of the Invention

本発明は、濾過・分級またはエマルションの製造に適した樹脂製マイクロチャネル基板、その製造方法、並びに濾過・分級方法、及びエマルションの製造方法に関する。

Description of the Related Art

10 粒子の濾過・分級或いはエマルションの製造のためのミリポア、ニュークリアフィルタ等のフィルタ膜が用いられているが、これらフィルタ膜におけるポアの形状およびサイズは均一でないため、分離能や作製されるエマルションの粒子サイズの均一性等の性能が不十分である。また、濾過・分級の過程、またはエマルションの製造過程は直接観察できないため、ポアの閉塞や狭小化等のフィルタ膜の性能劣化
15 等は、圧損の増加や、作製物のサイズの変化等から間接的にしか把握できない。

そこで、上記の不具合を無くするため、フォトリソグラフ法によってシリコン基板上にパターンニングを行い、ウェット、又はドライエッチング法によりシリコン基板上に溝を微細加工する半導体微細加工技術によってマイクロチャネル基板を製造し、これを濾過・分級またはエマルション製造等に用いることが提案されている。

20 この技術によって、微細流路の形状、サイズを均一化することができ、また透明板を介して流路内の実際の流れを直接観察することが可能になるとともに、微細流路の径と長さの比、間隔、出入り口の形状等を目的に合わせてデザインすることも可能になった。

25 微細流路の形状及びサイズの均一性、直接観察可能という利点を保ちつつ、一度に処理できる量を増やし、実用性を高めることが提案されている。微細流路の数を増加させるために、複数の基板の向きを揃えて密着状に積み重ね、密着面に多数の

微細な流路を形成するような積層マイクロチャネルアレイ装置が開発されている。

この技術は、例えば、特開平11-165062号公報に開示されている。

しかしながら、ウェット又はドライエッチング法によりシリコン基板上に溝を微細加工する半導体微細加工技術には、1) シリコン基板の材料コストが高価である、
2) 1枚毎にフォトリソグラフを行うため加工費が高価となる、3) 1枚毎の微細流路の寸法精度にバラツキを生じる、4) アルカリ耐性が低いなどの実用面での問題が存在している。

SUMMARY OF THE INVENTION

本発明が解決しようとする課題は、濾過・分級またはエマルションの製造に適した樹脂製マイクロチャネル基板、その製造方法、並びに濾過・分級方法、及びエマルションの製造方法を提供することである。

上記の課題を解決する本発明は、樹脂基板の表面に、液体供給口に連通する凹部と、この凹部と接しかつ表面に多数の微細な溝を備えた土手部とが形成されるとともに、この基板の表面を蓋となる平板と密着させた状態で、前記土手部の溝によって前記凹部内と凹部外とを連通する微細な流路が形成されるようにした樹脂製マイクロチャネル基板であり、前記微細な流路の幅及び高さがそれぞれ1~300 μ mの範囲内であり、かつ、該流路の幅と高さの比が1:20~20:1の範囲内であることを特徴とする樹脂製マイクロチャネル基板である。

そして、樹脂製マイクロチャネル基板表面の水に対する接触角が、5°以上60°以下であることを特徴とする上記の樹脂製マイクロチャネル基板であり、本件発明の樹脂製マイクロチャネルは水中油単分散微粒子を作製するのに好適である。

そして更に、マイクロチャネル基板の土手部の表面に備えた多数の溝の端部角度が90°以下であること、又は多数の溝に微細な凹凸パターン有することで、均一な粒子径を有するエマルションを製造することが可能となる。

本発明によれば、濾過・分級またはエマルションの製造に適した樹脂製マイクロチャンネル基板、その製造方法、並びに濾過・分級方法、及びエマルションの製造方法を提供することができる。

5 The above and other objects, features and advantages of
the present invention will become more fully understood from
the detailed description given hereinbelow and the
accompanying drawings which are given by way of illustration
only, and thus are not to be considered as limiting the
10 present invention.

BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

図1A～1Hは、この発明において、樹脂製マイクロチャンネル基板を形成する工程を示す模式図である。

15 図2は、図1A～1Hに示す工程によって製造された、樹脂製マイクロチャンネル基板の外形図である。

図3A、3B、3Cは、図1A～1Hに示す工程によって製造された、樹脂製マイクロチャンネル基板の、土手部に形成された溝の構成を示す図である。

20 図4A、4B、4Cは、図1A～1Hに示す工程によって製造された、樹脂製マイクロチャンネル基板の、土手部に形成された溝の構成を示す図である。

図5A、5B、5Cは、図1A～1Hに示す工程によって製造された、樹脂製マイクロチャンネル基板の、土手部に形成された溝の構成を示す図である。

図6A、6B、6Cは、図1A～1Hに示す工程によって製造された、樹脂製マイクロチャンネル基板の、土手部に形成された溝の構成を示す図である。

25 図7は、実施例においてCCDカメラを用い、光学的に観察した際の画像を示す。

図8は、実施例においてCCDカメラを用い、光学的に観察した際の画像を示す。

図 9 は、実施例において CCD カメラを用い、光学的に観察した際の画像を示す。

図 10 は、樹脂製マイクロチャネル基板の一例図である。

DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

以下、本発明を詳細に説明する。

本発明に係るエマルションの製造方法は、液体供給口に連通する凹部と、この凹部と接し、かつ、表面に多数の微細な溝を備えた土手部が形成され、この基板の表面を蓋となる平板と密着させた状態で、前記土手部の溝によって前記凹部内と凹部外を連通する微細な流路が形成されるようにした樹脂製マイクロチャネル基板において、前記流路を通して、第 1 の液体を、前記凹部内から凹部外に送り出し、凹部外に供給されかつ前記第 1 の液体に溶け合わない第 2 の液体中に分散させるようにしたものである。

この際、前記基板の表面を、蓋となる透明な平板と密着させることによって、前記透明な平板を通して、少なくとも一部の流路のエマルション作製過程を光学的に観察しつつエマルションの製造を行えば、エマルションの製造の制御を適切に行える。同様に、マイクロチャネル基板による濾過・分級においても、光学的に観察しつつ濾過・分級を行えば、濾過・分級の制御を適切に行える。

粒子の濾過・分級、或いはエマルションの製造に従来使用されてきたミリポア、ニュークリポア等のフィルタ膜においては、ポア形状、サイズが均一でないため、分離能や作製されるエマルションの粒子サイズの均一性等の性能が不十分であったのに対し、スタンパーを使用した成形法による樹脂製マイクロチャネル基板は、多数の微細な溝を備えた土手部を高精度、かつ低コストで再現することができるため、分離能や作製されるエマルションの均一性等の性能を満足することが可能となる。

前記第 1 の液体を、流路を通して、前記凹部外に供給されかつ前記第 1 の液体に溶け合わない第 2 の液体中に分散させる際、エマルションの粒子サイズの均一性は、前記第 1 の液体と樹脂製マイクロチャネル基板とのぬれ性の差によって決定される。

油中水単分散微粒子の製造では、前記第1の液体が水となり、前期第2の液体が油となる。この場合、エマルションの粒子サイズの均一性を実現するには、樹脂製マイクロチャネル基板表面の水に対する接触角が大きいことが必要である。例えば、樹脂製マイクロチャネル基板の材料として、ポリメチルメタクリレートを使用した場合、基板表面の水に対する接触角は 68° であり、樹脂製マイクロチャネル基板と水とのぬれ性の差によって、エマルションの粒子サイズの均一性を実現することが容易となる。同様に、他の熱可塑性樹脂を、樹脂製マイクロチャネル基板材料とした場合、樹脂製マイクロチャネル基板と水とのぬれ性の差は大きく、粒子サイズが均一な油中水単分散微粒子を実現することが可能である。

水中油単分散微粒子の製造では、前記第1の液体が油となり、前期第2の液体が水となる。この場合、エマルションの粒子サイズの均一性を実現するには、樹脂製マイクロチャネル基板表面の水に対する接触角を小さくすることが必要となる。ポリメチルメタクリレートに代表される一般に使用される熱可塑性樹脂においては、通常水に対する接触角が比較的大きい（例えば、ポリメタクリル酸メチル樹脂は約 68° 、ポリカーボネート樹脂は約 70° 、ポリスチレン樹脂は 84° ）ため、接触角を小さく、 5° 以上 60° 以下とすることが必要となる。

プラスチック表面のぬれ性を改質する技術は、化学的処理技術、物理的処理技術に大別される。化学的処理技術としては、薬品処理、溶剤処理、カップリング剤処理、モノマーコーティング、ポリマーコーティング、蒸気処理、表面グラフト化、電気化学的処理等があげられる。物理的処理技術としては、紫外線照射処理、プラズマ接触処理、プラズマジェット処理、プラズマ重合処理、イオンビーム処理、機械的処理等があげられる。

前記改質技術のなかには、熱可塑性樹脂表面の親水化に加え、例えば接着性も発現することを特徴としている技術がある。樹脂製マイクロチャネル基板の、多数の微細な溝形状を保持させるのに好ましくない場合も想定されるため、必要とされる接触角に応じて適宜改質技術を選択していくことが必要である。

また、物理的処理技術のなかで、プラズマ処理、なかでもスパッタ処理を選択する場合は、耐熱温度として60℃～110℃程度が必要であることから、1) それ以上のガラス転移温度を有する、例えば、ポリカーボネート等を選択する、2) スパッタ処理時間を短くする（膜厚を薄くする）等の条件を選択することが重要である。

熱可塑性樹脂の親水化において、必要とされる耐熱温度が低く、ガラス転移温度が100℃のポリメチルメタクリレートに適用が可能な方法として、紫外線処理、なかでもエキシマUV処理があげられる。エキシマUV処理は、アルゴン、クリプトン、キセノン等の放電ガスを使用したエキシマランプを使用して、発光中心波長120nm～310nmの範囲の紫外線を照射する。高エネルギーの紫外線を照射することによって、樹脂表面の分子は解離され、軽い水素原子が容易に引き抜かれることにより、親水性の高いOH等の官能基が形成され、表面のぬれ性を高くするものである。この方法は、紫外線の露光量の増加に伴い親水性が高くなると同時に、接着力が増大して多数の微細な溝形状を保持させるのに好ましくない場合も想定されるため、必要とされる接触角に応じて適宜露光量を選択していくことが必要である。

水中油単分散微粒子の製造において、均一な粒子サイズのエマルションを得るため、樹脂製マイクロチャネル基板表面の水に対する接触角は、5°以上60°以下が好ましく、10°以上50°以下がより好ましい。この範囲以外は、樹脂製マイクロチャネル基板表面と分散相となる油のぬれにより、微細な流路を通過しても油が単離しなくなり、均一な粒子径を有するエマルジョンが得られなくなる。均一な粒子径を有するエマルションを作製し、その利用効率を最大限高めるためには前記範囲内の接触角を有することが好ましい。

作製されるエマルジョンの粒子径は、微細な流路の寸法によっても左右される。すなわち、大きな粒子径を得ようとすれば、流路の幅、深さを大きくすることが必要となり、逆に小さな粒子径を得るには、流路の幅、深さを小さくすることが必要

となる。必要とされる粒子径に応じて、適宜設定していくことが必要である。スタンパーを使用した成形法は、必要とされる粒子径に応じ、各種寸法の異なるスタンパーを作製することで、精度を満足し、かつ大量の樹脂製マイクロチャネル基板を安価に製造することができる点で優れている。

- 5 また、作製される流路の最小単位は、例えば、スタンパーを作製する際の露光工程において、ステッパーと呼ばれる縮小露光機を使用するなどして、幅 $1\mu\text{m}$ 以下の流路を作製することは可能であるが、露光に使用するマスクが高額となることが予測されるため、作製コストと用途を検討したうえで選択することが好ましい。

- 10 流路の長さは、分散相として使用する相の粘度に応じて設定することが望ましい。すなわち、流路が長すぎると、粘度の高い材料を液送するのに高い圧力が必要となり、逆に短すぎると、液送圧力が低いために液送速度を制御するのが難しくなることが予測されるため、使用する材料の粘度に応じて適宜選択することが望ましい。

- 15 土手部の表面に備えた多数の溝の端部形状については、深さ方向は可能な限り矩形に近く、上面から観察したときの端部の角度が 90° 以下であることが好ましい。分散相が流路を通り、均一な粒子径となって分散するには、流路と分散相とのぬれ性の差をより高めるために、上面からの端部の形状が 90° 以下であることがこのましく、 70° 以下であることがより好ましい。 90° 以下とすることにより、分散相が流路の出口周辺に接する面積を少なくすることができ、均一な粒子径となって分散することが可能となる。

- 20 特に、上面からの端部の形状を 90° 以下とすることで、分散相と流路とのぬれ性の差が小さい組み合わせにおいても、均一な粒子径となって分散させることが可能となる。また、分散相の送液圧力が高く、送液速度が早いために粒子の分散が困難な条件下においても、均一な粒子径を得ることが可能となる。

- 25 土手部の表面に備えた多数の溝に、微細な凹凸パターンを有することによっても、前記と同様の効果が期待できる。特に、流路の端部に、微細な凹凸パターンを有することによってより効果が期待できる。また、微細な凹凸パターンを有することに

より、粒子の作製効率向上も期待できる。流路に微細な凹凸を形成することにより、流体内に流速変化が発生し、粒子の単離を促進させることが期待される。微細な凹凸パターンの形成数、及び配置箇所は、限定されるものではなく、流路の幅、深さ、必要とされる粒子作製効率によって適宜選択することが必要である。

- 5 また、流路の底部に微細な凹凸パターンを溝状に形成させることによっても、粒子の作製効率向上が期待できる。分散相が流路を通過する際、流路の底部の微細な凹凸パターンにより、分散相と微細な凹凸パターンの隙間に、例えば空気が介在することにより、粒子を単離させる効果が期待される。

- 10 また、作製される微細な凹凸パターンの最小単位は、例えば、スタンパーを作製する際の露光工程において、ステッパと呼ばれる縮小露光機を使用するなどして、幅 $1\mu\text{m}$ 以下の微細な凹凸パターンを作製することは可能であるが、露光に使用するマスクが高額となることが予測されるため、作製コストと用途を検討したうえで選択することが好ましい。

- 15 樹脂製マイクロチャネル基板の向きを揃えて密着状に積み重ね、密着面に多数の微細な流路を形成することで、均一な粒子径を有するエマルションの作製効率を飛躍的に高めることが可能となる。樹脂製マイクロチャネル基板を10枚積み重ねただけで、10倍の効率向上が期待でき、該基板の厚さが1mm場合、その積み重ねた寸法は1cmと極めてコンパクトである。

- 20 分散相となる液体を供給するため、樹脂製マイクロチャネル基板の凹部内に貫通穴を作製することにより、複数の基板を密着させて積み重ねた際、各基板の凹部同士が貫通穴によって連通状態となり、シンプルな形態にすることができる。

また、前記複数の基板のうち、所定側の一番端の基板の表面側が密着する部分を透明板にすれば、透明板を通して流路を直接観察することができ適切な処置がとれる。

- 25 樹脂製マイクロチャネル基板を積み重ねて使用する際、各基板の位置合わせを行う方法として、該基板の表面、裏面に凹凸パターンを形成することで、重ね合わせ

時に位置精度よく密着させる方法、該基板の外形端部を治具により固定化する方法、貫通穴に位置決めピンを用いて固定する方法、CCDカメラ、レーザー系の光学装置を用いて観察、位置調整する方法等があげられる。

5 基板上にレジストによりパターン形成するステップと、前記基板上に形成された前記レジストパターンにしたがって金属を付着し、金属構造体を形成するステップと、前記金属構造体を使用して、樹脂製マイクロチャネル基板を形成するステップについて説明する。

10 本形態の樹脂製マイクロチャネル基板は、(a)基板上への第1レジスト層の形成(b)基板とマスクAとの位置合わせ(c)マスクAを用いた第1レジスト層の露光(d)第1レジスト層の熱処理(e)第1レジスト層上への第2レジスト層の形成(f)基板とマスクBとの位置合わせ(g)マスクBを用いた第2レジスト層の露光(h)第2レジスト層の熱処理(i)レジスト層の現像を行い、所望のレジストパターンを形成する。

15 さらに、形成されたレジストパターンにしたがって、基板上に金属構造体をメッキにより堆積させる。この金属構造体を型として、樹脂成形品を形成することによって、樹脂製マイクロチャネル基板が製造される。

20 レジストパターン形成処理について更に詳細に説明する。基板上に、例えば、深さ $20\mu\text{m}$ の微細な溝と深さ $80\mu\text{m}$ の凹部を得ようとした場合、第1レジスト層(厚さ $80\mu\text{m}$)、第2レジスト層(厚さ $20\mu\text{m}$)順に形成し、各層に露光、または露光、熱処理を行う。

25 現像工程では、最初に第2レジスト層である深さ $20\mu\text{m}$ のパターンが得られ、次に第1レジスト層と第2レジスト層を合わせた深さ $80\mu\text{m}$ のパターンが得られる。深さ $80\mu\text{m}$ のパターンが得られた時点で、第2レジスト層である深さ $20\mu\text{m}$ のパターンを現像液に溶解、または変形させないためには、各層の現像液への溶解性を制御させることが要求される。スピンコート方式によりレジスト層を形成す

る場合、第2レジスト層のベーク（溶剤の乾燥）時間を調整することによって、耐アルカリ性を発現させることが可能である。

光分解型のポジ型レジストを用いて、耐アルカリ性を発現させる方法の一つとして、ベーク時間（溶剤の乾燥時間）を長くし、レジストを硬化させることがあげられる。通常、レジストは膜厚、シンナー等の溶剤濃度、および感度に応じてベーク時間を設定している。この時間を長くすることによって耐アルカリ性を持たせることが可能となる。

また、第1レジスト層のベークが進行しすぎると、レジストが極度に硬化し、後の現像において光が照射された部分を溶解させパターンを形成することが困難になることから、ベーク時間を短くする等、適宜選択することが好ましい。ベークに用いる装置は、溶剤を乾燥できれば特に限定されるものではなく、オープン、ホットプレート、熱風乾燥機等があげられる。

光分解型のポジ型レジスト、または化学増幅型ポジレジストは、光架橋型のネガ型レジストと比較して、耐アルカリ性の発現幅は制限されるため、設定するレジスト厚さは、各層を合わせて5～200 μm の範囲内が好ましく、10～100 μm の範囲内であることがより好ましい。光架橋型のネガ型レジストを用いて耐アルカリ性を発現させる方法として、ベーク時間の最適化の他に、架橋密度の最適化があげられる。通常、ネガ型レジストの架橋密度は、露光量によって設定することが可能である。化学増幅系ネガ型レジストの場合、露光量および熱処理時間によって設定することが可能である。この露光量、または熱処理時間を長くすることによって、耐アルカリ性を発現させることが可能となる。光架橋型のネガ型レジストの場合、設定するレジスト厚さは、各層を合わせて5～500 μm の範囲内が好ましく、10～300 μm の範囲内であることがより好ましい。

（a）基板1上への第1レジスト層2の形成について説明する。図1Aに基板1上に第1レジスト層2が形成された状態を示す。成形品形成ステップで得られる樹脂成形品の一例である細胞培養プレートの平面度は、基板1上へ第1レジスト層2

を形成する工程にて決定づけられる。すなわち、基板1上に第1レジスト層2を形成した時点の平面度が金属構造体、ひいては細胞培養プレートの平面度に反映される。

基板1上に第1レジスト層2を形成する方法は何ら限定されないが、一般的にスピンコート方式、ディッピング方式、ロール方式、ドライフィルムレジストの貼り合わせ等を挙げることができる。なかでも、スピンコート方式は、回転しているガラス基板の上にレジストを塗布する方法で、直径300mmを超えるガラス基板にレジストを高い平面度で塗布する利点がある。従って、高い平面度を実現できる観点から、スピンコート方式が好ましく用いられる。

第1レジスト層2として用いられるレジストにはポジ型レジスト、ネガ型レジストの2種類がある。いずれも、レジストの感度、露光条件により、レジストの焦点深度が変わるため、例えばUV露光装置を使用した場合、露光時間、UV出力値をレジスト厚さ、感度に応じて種類を選択するのが望ましい。用いるレジストがウェットレジストの場合、例えばスピンコート方式で所定のレジスト厚さを得るには、スピンコート回転数を変更する方法と、粘度調整する方法がある。

スピンコート回転数を変更する方法は、スピンコーターの回転数を設定することによって所望のレジスト厚さを得るものである。粘度調整する方法は、レジスト厚さが厚い場合、又は塗布面積が大きくなると平面度が低下することが懸念されるため、実際使用上で要求される平面度に応じて粘度を調整するものである。

例えばスピンコート方式の場合、1回で塗布するレジスト層の厚さは、高い平面度を保持することを考慮し、好ましくは10～50 μ m、さらに好ましくは、20～50 μ mの範囲内であることが望ましい。高い平面度を保持したうえで、所望のレジスト層の厚さを得るためには、複数のレジスト層を形成することができる。

第1レジスト層2にポジ型レジストを使用した場合、バーク時間（溶剤の乾燥）が過度に進行しすぎると、レジストが極度に硬化し、後の現像においてパターンを

形成することが困難になることから、設定するレジスト厚さが100 μ m以上でない場合、ベーク時間を短くする等、適宜選択することが好ましい。

(b) 基板1とマスクA3との位置合わせについて説明する。第1レジスト層のパターンと、第2レジスト層のパターンにおける位置関係を所望の設計通りにするためには、マスクA3を用いた露光時に、正確な位置合わせを行うことが必要となる。位置合わせには、基板1とマスクA3の同位置に切削加工を施しピン固定する方法、レーザー干渉計を用い位置だしする方法、基板1とマスクA3の同位置に位置マークを作製、光学顕微鏡で位置合わせをする方法等があげられる。

光学顕微鏡で位置合わせをする方法は、例えば、フォトリソグラフ法にて基板に位置マークを作製し、マスクA3にはレーザー描画装置で位置マークを描画する。光学顕微鏡を用いた手動操作においても、5 μ m以内の精度が簡単に得られる点で有効である。

(c) マスクA3を用いた第1レジスト層2の露光について説明する。図1Bに示される工程で使用するマスクA3は何ら限定されないが、エマルジョンマスク、クロムマスク等を挙げることが出来る。レジストパターン形成ステップでは、使用するマスクAによって寸法、および精度が左右される。そして、その寸法、および精度は、樹脂成形品にも反映される。したがって、ナノ、マイクロ構造細胞培養プレート各寸法、および精度を所定のものとするためには、マスクAの寸法、および精度を規定する必要がある。マスクAの精度を高める方法は何ら限定しないが、例えば、マスクA3のパターン形成に使用するレーザー光源をより波長の短いものに変えることを挙げることができるが、設備費用が高額であり、マスクA3の製作費が高額となるため、ナノ、マイクロ構造細胞培養プレートが実用的に要求される精度に応じて適宜規定するのが望ましい。

マスクA3の材質は温度膨張係数、UV透過吸収性能の面から石英ガラスが好ましいが比較的高価であるため、樹脂成形品が実用的に要求される精度に応じて適宜規定するのが望ましい。

設計通りの所望の深さ、または高さが異なる構造体、または第1レジストパターンと第2レジストパターンが異なる構造体を得るには、第1レジスト層2および第2レジスト層4の露光に用いるマスクのパターン設計（透過／遮光部）が確実であることが必要であり、CAE解析ソフトを使用したシミュレーションもその解決策の一つである。

露光に用いられる光源は設備費用が安価である紫外線またはレーザー光であることが好ましい。露光に用いられる光源としてシンクロトロン放射光を用いてもよい。但し、シンクロトロン放射光は、露光深度が深いものの、かかる設備費用が高額であり、実質的にナノ、マイクロ構造細胞培養プレートの価格が高額となる。

露光時間や露光強度等の露光条件は第1レジスト層2の材質、厚み等により変化するため、得られるパターンに応じて適宜調節することが好ましい。特に流路の幅、深さ、容器間隔、および容器幅（または直径）、深さ等のパターンの寸法、および精度に影響を与えるため、露光条件の調節は重要である。また、レジストの種類により焦点深度が変わるため、例えばUV露光装置を使用した場合、露光時間、UV出力値をレジストの厚さ、感度に応じて選択するのが望ましい。

(d) 第1レジスト層2の熱処理について説明する。露光後の熱処理は、レジストパターンの形状を補正するためにアニールといわれる熱処理が知られている。ここでは、化学架橋を目的とし、化学増幅系ネガレジストを使用した場合のみに行う。化学増幅系ネガレジストとは、主に、2成分系、または3成分系からなり、露光時の光によって、例えば、化学構造の末端のエポキシ基が開環し、熱処理によって架橋反応させるものである。熱処理時間は、例えば膜厚100 μm の場合、設定温度100 $^{\circ}\text{C}$ の条件下においては数分で架橋反応は進行する。

第1レジスト層2の熱処理が進行しすぎると、後の現像において未架橋部分を溶解させパターンを形成することが困難になることから、設定するレジスト厚さが100 μm 以上でない場合、熱処理時間を短くする、または後の第2レジスト層4の熱処理のみとする等、適宜選択することが好ましい。

(e) 第1レジスト層2上への第2レジスト層4の形成について説明する。図1 Cに第2レジスト層4が形成された状態を示す。この第2レジスト層4は、上記 (a)において説明した第1レジスト層2の形成と同様の方法により形成することができる。

5 また、スピンコート方式にて、ポジ型レジストを使用してレジスト層を形成する場合、ベーク時間を通常の1.5～2.0倍程度とすることで、耐アルカリ性を発現させることができる。これにより、第1レジスト層2と第2レジスト層4の現像終了時、第2レジスト層4のレジストパターンの溶解、または変形を防止することができる。

10 (f) 基板1とマスクB5との位置合わせについて説明する。基板1とマスクB5の位置合わせは、上記(b)において、説明した基板1とマスクA3との位置合わせ方法と同様の要領にて、実施する。

15 (g) マスクB5を用いた第2レジスト層4の露光について説明する。マスクB5を用いた第2レジスト層4の露光は、上記(c)において説明したマスクA3を用いた第1レジスト層2の露光方法と同様の要領にて実施する。図1Dに第2レジスト層4の露光の様子を示す。

20 (h) 第2レジスト層4の熱処理について説明する。第2レジスト層4の熱処理は、基本的に上記(d)において説明した、第1レジスト層2の熱処理と同様である。また、第2レジスト層4の熱処理は、後の現像において第1レジスト層2のパターンが得られた時点で、第2レジスト層4のパターンが溶解、または変形させないために行う。熱処理によって化学架橋が進行し、架橋密度を高めることで耐アルカリ性が発現する。耐アルカリ性を発現させるための熱処理時間は、通常の1.1～2.0倍の範囲からレジストの厚さに応じて適宜選択することが好ましい。

25 (i) レジスト層2、4の現像について説明する。図1Eに示される工程の現像は用いたレジストに対応する所定の現像液を用いることが好ましい。現像時間、現像温度、現像液濃度等の現像条件はレジスト厚みやパターン形状に応じて適宜調節

することが好ましい。例えば、必要な深さを得るために現像時間を長くしすぎると、所定の寸法よりも大きくなってしまうため、適宜条件を設定することが好ましい。

レジスト層2、4全体の厚みが増してくると、現像工程において、レジスト底部の幅（または直径）よりも表面の幅（または直径）が広くなることが懸念される。

5 レジストを複数層形成する場合、各レジスト層の形成において、感度の異なるレジストを段階に分けて形成することが好ましい場合がある。この場合には、例えば、表面に近い層のレジストの感度を底部に近い層よりも高くすることなどが挙げられる。さらに具体的には、感度の高いレジストとして東京応化工業株式会社製のBM
10 R C-1000PMを、そして感度の低いレジストとして東京応化工業株式会社製のPMER-N-CA3000PMを用いることができる。その他、レジストの乾燥時間を変えることにより感度を調整するようにしてもよい。例えば、東京応化工業株式会社製のBMR C-1000PMを使用した場合、スピンコート後のレジスト乾燥時、1層目の乾燥時間を110℃で40分、2層目の乾燥時間を110℃で20分とすることで、1層目の感度を高めることができる。

15 成形品の上面、または微細パターン底部の平面精度を高める方法としては、例えば、レジスト塗布で使用するレジスト種類（ネガ型、ポジ型）を変更してガラス表面の平面性を利用する方法、金属構造体の表面を研磨する方法などがあげられる。

尚、所望の造型深さを得るために複数のレジスト層を形成する場合、それら複数のレジスト層を同時に露光・現像処理する、あるいは、一つのレジスト層を形成及び露光処理した後、さらにレジスト層の形成及び露光処理を行い、2つのレジスト層を同時に現像処理することが可能である。

20 金属構造体形成ステップについてさらに詳細に説明する。金属構造体形成ステップとはレジストパターン形成ステップで得られたレジストパターンに沿って金属を堆積させ、金属構造体の凹凸面をレジストパターンに沿って形成することにより、
25 金属構造体を得る工程である。

図1Fに示されるように、この工程では予めレジストパターンに沿って導電性膜7を形成する。該導電性膜7の形成方法は特に限定されないが、好ましくは蒸着、スパッタリング等を用いることができる。導電性膜7に用いられる導電性材料としては金、銀、白金、銅、アルミニウムなどを挙げることができる。

- 5 図1Gに示されるように、導電性膜7を形成した後、パターンに沿って金属をメッキにより堆積して金属構造体8を形成する。金属を堆積させるメッキ方法は特に限定されないが、例えば電解メッキ、無電解メッキ等を挙げることができる。用いられる金属は特に限定されないが、ニッケル、ニッケル-コバルト合金、銅、金を挙げることができる。経済性・耐久性の観点からニッケルが好ましく用いられる。

- 10 金属構造体8はその表面状態に応じて研磨しても構わない。ただし、汚れが造形物に付着することが懸念されるため、研磨後、超音波洗浄を実施することが好ましい。また、金属構造体8はその表面状態を改善するために、離型剤等で表面処理しても構わない。なお、金属構造体8の深さ方向の傾斜角度は、樹脂成形品の形状から50°～90°であることが望ましく、より望ましくは60°～87°である。

- 15 メッキにより堆積した金属構造体8はレジストパターンから分離される。

成形品形成ステップについて更に詳細に説明する。成形品形成ステップは、図1Hに示されるように、前記金属構造体8を型として、樹脂成形品9を形成する工程である。

- 20 樹脂成形品9の形成方法は特に限定されないが、例えば射出成形、プレス成形、モノマーキャスト成形、溶剤キャスト成形、押出成形によるロール転写法等を挙げることができる。生産性、型転写性の観点から射出成形が好ましく用いられる。所定の寸法を選択した金属構造体8を型として射出成形で樹脂成形品9を形成する場合、金属構造体8の形状を高い転写率で樹脂成形品9に再現することが可能である。転写率を確認する方法としては、光学顕微鏡、走査電子顕微鏡（SEM）、透過電子顕微鏡（TEM）等を使用する方法である。
- 25

- 金属構造体 8 を型として、例えば射出成形で樹脂成形品 9 を形成する場合、1 枚の金属構造体 8 で 1 万枚～5 万枚、場合によっては 20 万枚もの樹脂成形品 9 を得ることができ、金属構造体 8 の製作にかかる費用負担を大幅に解消することが可能である。また、射出成形 1 サイクルに必要な時間は 5 秒～30 秒と短く、生産性の面で極めて効率的である。
- 射出成形 1 サイクルで同時に複数個の樹脂成形品を形成可能な成形金型を使用すれば、更に生産性を向上することが可能となる。上記成形方法では金属構造体 8 を金属型として用いても、金属構造体 8 を予め用意した金属型内部にセットして用いても構わない。
- 樹脂成形品 9 を形成するのに使用する樹脂材料としては特に限定されないが、例えば、アクリル系樹脂、ポリ乳酸、ポリグリコール酸、スチレン系樹脂、アクリル・スチレン系共重合樹脂（MS 樹脂）、ポリカーボネート系樹脂、ポリエチレンテレフタレートなどのポリエステル系樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂、エチレン・ビニルアルコール系共重合樹脂、スチレン系エラストマーなどの熱可塑性エラストマー、塩化ビニル系樹脂、ポリジメチルシロキサンなどのシリコン樹脂等を挙げることができる。
- これらの樹脂は必要に応じて滑剤、光安定剤、熱安定剤、防曇剤、顔料、難燃剤、帯電防止剤、離型剤、ブロッキング防止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤などの 1 種または 2 種以上を含有することができる。
- 樹脂成形品 9 の平面度の最小値は、工業的に再現し易い観点から $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることが好ましい。樹脂成形品 9 の平面度の最大値は、例えば、該成形品 9 を他の基板と貼り合わせ、または重ね合わせて使用する際に支障とならない観点から $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。樹脂成形品 9 の造形部に対する寸法精度は、工業的に再現し易い観点から $\pm 0.5\sim 10\%$ の範囲内であることが好ましい。
- 樹脂成形品 9 の厚さに対する寸法精度は、工業的に再現し易い観点から $\pm 0.5\sim 10\%$ の範囲内であることが好ましい。樹脂成形品 9 の厚さは特に規定されない

が、射出成形での取り出し時の破損、取り扱い時の破損、変形、歪みを考慮し、0.2～10mmの範囲内であることが好ましい。樹脂成形品9の寸法は特に限定されないが、リソグラフィ法でレジストパターンを形成する際、例えば、レジスト層の形成をスピコート法にて行う場合、直径400mmの範囲の中から採取できるよう用途に応じて適宜選択することが好ましい。

実施例

本発明にしたがって、樹脂製マイクロチャネル基板を形成する方法について、図を参照しながら以下により具体的に説明する。実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

本発明にしたがって、樹脂成形品を形成する方法について、図を参照しながら以下により具体的に説明する。図1Aを参照して、まず基板上に、有機材料（東京応化工業製「PMER N-CA3000PM」）をベースとする1回目のレジスト塗布を行った。

そして、図1Bを参照して第1レジスト層を形成した後、基板と所望のマスクパターンに加工したマスクAとの位置合わせを行った。次にUV露光装置（キャノン製「PLA-501F」波長365nm、露光量300mJ/cm²）により、第1レジスト層をUV光により露光を行った後、ホットプレート（100℃×4分）を用いて第1レジスト層の熱処理を行った。図1Cを参照して、まず基板上に、有機材料（東京応化工業製「PMER N-CA3000PM」）をベースとする2回目のレジスト塗布を行った。

そして、図1Dを参照して第2レジスト層を形成した後、基板と所望のマスクパターンに加工したマスクBとの位置合わせを行った。

次にUV露光装置（キャノン製「PLA-501F」波長365nm、露光量100mJ/cm²）により、第2レジスト層をUV光により露光を行った後、ホットプレート（100℃×8分）を用いて第2レジスト層の熱処理を行った。図1Eに

示すように、前記レジスト層を有する基板を現像し、基板上にレジストパターンを形成した（現像液：東京応化工業製「PMER現像液P-7G」）。

そして、図1Fに示すように前記レジストパターンを有する基板表面に蒸着、またはスパッタリングを行い、レジストパターンの表面に銀からなる導電性膜を堆積させた。

この工程において、他に白金、金、銅などを堆積させることができる。次に、図1Gに示すように前記レジストパターンを有する基板をニッケルメッキ液に浸け、電気メッキを行い、レジストパターンの谷間に金属構造体（以下、ニッケル構造体）を得た。この工程において、他に銅、金などを堆積させることができる。

図1Hに示すように、得られたニッケル構造体を金型として、射出成形でプラスチック材をNi構造体に充填し、プラスチック成形体を得た。射出成形に用いた材料は、（株）クラレ製アクリル（パラペット GH-S）を使用した。

〔樹脂製基板Aの作製〕 図1A～Hに示す成形品を形成する方法に従って、レジスト塗布を2回繰り返して第1レジスト層を形成、各層に露光、熱処理を実施した後、更にレジスト塗布を1回繰り返して第2レジスト層を形成、露光、熱処理を実施した後、図2に示すような横50mm×縦25mm、厚さ1.0mmの基板に、幅20 μ m、深さ10 μ mの微細な溝13と、深さ80 μ mの凹部11を有する樹脂製マイクロチャネル基板100を製造した。流路の端部角度は90°とした。凹部11には、液体供給口である貫通孔10が設けられている。

空気中にて、水に対する接触角を測定した。接触角測定装置（協和界面化学株式会社製、CA-DT・A型）を用いて測定したところ70°であった。土手部12に形成される溝13の構成を図3A～Cに示す。

〔樹脂製基板Bの作製〕 図1A～Hに示す成形品を形成する方法に従って、レジスト塗布を2回繰り返して第1レジスト層を形成、各層に露光、熱処理を実施した後、更にレジスト塗布を1回繰り返して第2レジスト層を形成、露光、熱処理を実施した後、図2に示すような横50mm×縦25mm、厚さ1.0mmの基板に、幅2

0 μm、深さ10 μmの微細な溝13と、深さ80 μmの凹部11を有する樹脂製マイクロチャネル基板100を製造した。溝13により流路が形成される。流路の端部角度θは90°とした。凹部11には、液体供給口である貫通孔10が設けられている。

- 5 製造したマイクロチャネル基板、及びアクリル製平板に、紫外線照射による表面改質を行った。エキシマ光(172 nm)照射装置(ウシオ電機(株)製、UER)を用い、60秒間紫外線照射を行った。次に、樹脂製基板1と同様、水に対する接触角を測定し、19°であることを確認した。

- 10 土手部12に形成される溝13の構成を図3A~Cに示す。図3Aは、マイクロチャネル基板1の斜視図、図3Bは、溝13付近の拡大斜視図、図3Cは、溝13付近の拡大上面図である。

- 15 【樹脂製基板Cの作製】 図1A~Hに示す成形品を形成する方法に従って、レジスト塗布を2回繰り返して第1レジスト層を形成、各層に露光、熱処理を実施した後、更にレジスト塗布を1回繰り返して第2レジスト層を形成、露光、熱処理を実施した後、図2に示すような横50 mm×縦25 mm、厚さ1.0 mmの基板に、幅20 μm、深さ10 μmの微細な溝13と、深さ80 μmの凹部11を有する樹脂製マイクロチャネル基板100を製造した。流路の端部角度は、粒子作製効率の向上、及び粒子径のバラツキを抑制させることを目的に、65°とした。

- 20 樹脂製基板1と同様、紫外線照射を60秒実施し、水に対する接触角は20°であることを確認した。土手部12に形成される溝13の構成を図4A~Cに示す。図4Aは、マイクロチャネル基板1の斜視図、図4Bは、溝13付近の拡大斜視図、図4Cは、溝13付近の拡大上面図である。

- 25 【樹脂製基板Dの作製】 図1A~Hに示す成形品を形成する方法に従って、レジスト塗布を2回繰り返して第1レジスト層を形成、各層に露光、熱処理を実施した後、更にレジスト塗布を1回繰り返して第2レジスト層を形成、露光、熱処理を実施した後、図2に示すような横50 mm×縦25 mm、厚さ1.0 mmの基板に、幅1

0 μm 、深さ5 μm の微細な溝13と、深さ60 μm の凹部11を有する樹脂製マイクロチャネル基板100を製造した。流路の端部角度は90°とした。

製造したマイクロチャネル基板、及びアクリル製平板にプラズマ処理による表面改質を行った。スパッタリング装置（（株）アルバック製、SV）を用い、SiO₂膜を1000 Å堆積させた。水に対する接触角は、16°であることを確認した。土手部12に形成される溝13の構成を図5A～Cに示す。図5Aは、マイクロチャネル基板1の斜視図、図5Bは、溝13付近の拡大斜視図、図5Cは、溝13付近の拡大上面図である。

〔樹脂製基板Eの作製〕 図1A～Hに示す成形品を形成する方法に従って、レジスト塗布を3回繰り返して第1レジスト層を形成、各層に露光、熱処理を実施した後、更にレジスト塗布を1回繰り返して第2レジスト層を形成、露光、熱処理を実施した後、図2に示すような横50mm×縦25mm、厚さ1.0mmの基板に、幅40 μm 、深さ20 μm の微細な溝13と、深さ100 μm の凹部11を有する樹脂製マイクロチャネル基板100を製造した。流路の端部には、粒子作製効率の向上、及び粒子径のパラツキを抑制させることを目的に、横40 μm 、縦20 μm の凸パターンを形成した。

樹脂製基板Dと同様、プラズマ処理による表面改質を行った。スパッタリング装置（（株）アルバック製、SV）を用い、SiO₂膜を1000 Å堆積させた。水に対する接触角は、18°であることを確認した。土手部12に形成される溝13の構成を図6A～Cに示す。図6Aは、マイクロチャネル基板1の斜視図、図6Bは、溝13付近の拡大斜視図、図6Cは、溝13付近の拡大上面図である。

〔実施例1〕：樹脂製基板Aを用いた油中水単分散微粒子の作製 分散相（水）として純水、連続相（油）としてトリオレインを用いた水中油単分散微粒子の作製試験を行った。水に対する接触角が70°と高いため、流体流路の出口で、水である

純水が基板とぬれることなく、均一な水粒子を有するエマルションを得ることに成功した。

粒径測定装置（大塚電子社製、PAR-III）を使用して粒子径を測定した結果、平均粒子径48.5 μ m、変動率3.5%となり、極めて均一な粒子を有するエマルションを製造可能であることを確認した。

【実施例2】：樹脂製基板Bを用いた水中油単分散微粒子の作製 分散相（油）としてトリオレイン、連続相（水）として純水を用いた水中油単分散微粒子の作製試験を行った。水に対する接触角が19°と低いため、流路の出口で、油であるトリオレインが基板とぬれることなく、均一なトリオレイン粒子を有するエマルションを得ることに成功した。粒径測定装置（大塚電子社製、PAR-III）を使用して粒子径を測定した結果、平均粒子径45.5 μ m、変動率3.0%となり、極めて均一な粒子を有するエマルションを製造可能であることを確認した。CCDカメラを用い、光学的に観察した際の画像を図7に示す。

【実施例3】：樹脂製基板Cを用いた水中油単分散微粒子の作製 樹脂製基板1を用いた水中油単分散微粒子の作製と同様、均一なトリオレイン粒子を有するエマルションを得ることに成功した。端部角度を65°とした本実験系では、平均粒子径41.0 μ m、変動率1.5%となり、更に均一な粒子を有するエマルションを製造可能であることを確認した。そして、分散相であるトリオレインの送液速度を、10ml/時間からの30ml/時間に高めた条件下においても、端部角度を65°としたことにより、単分散微粒子を作製可能であることを確認した。CCDカメラを用い、光学的に観察した際の画像を図8に示す。

【実施例4】：樹脂製基板Dを用いた水中油単分散微粒子の作製 樹脂製基板2を用いた水中油単分散微粒子の作製と同様、均一なトリオレイン粒子を有するエマ

ルションを得ることに成功した。平均粒子径 $18.6\mu\text{m}$ 、変動率 2.4% となり、
均一な粒子を有するエマルション製造可能であることを確認した。

5 [実施例5]：樹脂製基板Eを用いた水中油単分散微粒子の作製 樹脂製基板2を
用いた水中油単分散微粒子の作製と同様、均一なトリオレイン粒子を有するエマル
ションを得ることに成功した。平均粒子径 $78.2\mu\text{m}$ 、変動率 3.8% となり、
均一な粒子を有するエマルションを製造可能であることを確認した。CCDカメラ
を用い、光学的に観察した際の画像を図9に示す。

10 [参考例]：樹脂製基板1を用いた水中油単分散微粒子の作製 分散相（油）とし
てトリオレイン、連続相（水）として純水を用いた水中油単分散微粒子の作製試験
を行った。試験では、樹脂製基板1に蓋となるアクリル製平板を密着させることで、
微細な流路が形成されるようにした。本実験系では、水に対する接触角は 70° と
高いため、流路の出口で、油であるトリオレインと基板がぬれる結果となり、トリ
15 オレイン粒子が単離しないために、均一なエマルションが得られなかった。

From the invention thus described, it will be obvious
that the embodiments of the invention may be varied in many
ways. Such variations are not to be regarded as a departure
20 from the spirit and scope of the invention, and all such
modifications as would be obvious to one skilled in the art
are intended for inclusion within the scope of the following
claims.

WHAT IS CLAIMED IS:

1. 樹脂基板の表面に、液体供給口に連通する凹部と、この凹部と接しか
つ表面に多数の微細な溝を備えた土手部とが形成されるとともに、この基板の表面
5 を蓋となる平板と密着させた状態で、前記土手部の溝によって前記凹部内と凹部外
とを連通する微細な流路が形成されるようにした樹脂製マイクロチャネル基板であ
り、前記微細な流路の幅及び高さがそれぞれ $1 \sim 300 \mu\text{m}$ の範囲内であり、かつ、
該流路の幅と高さの比が $1:20 \sim 20:1$ の範囲内であることを特徴とする樹脂
製マイクロチャネル基板。
- 10 2. 樹脂製マイクロチャネル基板表面の水に対する接触角が、 5° 以上 60° 以下であることを特徴とする請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板。
3. 土手部の表面に備えた多数の溝の端部角度が、 90° 以下であることを
15 を特徴とする請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板。
4. 土手部の表面に備えた多数の溝が、微細な凹凸構造を有することを特
徴とする請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板。
- 20 5. 複数の基板の向きを揃えて密着状に積み重ね、密着面に多数の微細な
流路を形成するようにした積層型樹脂製マイクロチャネル基板であることを特徴と
する請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板。
- 25 6. 前記樹脂製マイクロチャネル基板を積み重ねて使用する際、各基板の
位置合わせ手段を有する請求項5に記載の樹脂製マイクロチャネル基板。

7. 基板上にレジストによりパターン形成するステップと、前記基板上に形成された前記レジストパターンにしたがって金属を付着し、金属構造体を形成するステップと、前記金属構造体を使用して、樹脂製マイクロチャネル基板を形成するステップとを備えた請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板の製造方法。

5

8. 請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板を用いた濾過・分級方法であって、前記流路に粒子浮遊液を流通させて粒子の分別を行うことを特徴とする濾過・分級方法。

10

9. 請求項8記載の樹脂製マイクロチャネル基板を用いた濾過・分級方法において、前記多数の流路のうち、少なくとも一部の流路の分別過程を、基板に多数の溝を有する表面側が密着する部分を透明板にすることによって、光学的に観察しつつ濾過・分級を行うことを特徴とする樹脂製マイクロチャネル基板の濾過・分級方法。

15

10. 請求項1に記載の樹脂製マイクロチャネル基板を用いたエマルションの製造方法であって、前記流路を通して第1の液体を前記凹部内から凹部外に送り出し、凹部外に供給されかつ前記第1の液体に溶け合わない第2の液体中に分散させることを特徴とするエマルションの製造方法。

20

11. 前記多数の流路のうち、少なくとも一部の流路において、基板に多数の溝を有する表面側が密着する部分を透明板としたことを特徴とする請求項10に記載のエマルションの製造方法。

ABSTRACT OF THE DISCLOSURE

樹脂製マイクロチャネル基板は、樹脂基板の表面に、液体供給口に連通する凹部と、この凹部と接しかつ表面に多数の微細な溝を備えた土手部とが形成されている。

- 5 さらに、この基板の表面を蓋となる平板と密着させた状態で、土手部の溝によって凹部内と凹部外とを連通する微細な流路が形成されるようにしている。微細な流路の幅及び高さがそれぞれ $1 \sim 300 \mu\text{m}$ の範囲内であり、かつ、該流路の幅と高さの比が $1 : 20 \sim 20 : 1$ の範囲内である。